

CURABLE COMPOSITION

Patent number: JP1149851
Publication date: 1989-06-12
Inventor: HIROSE TOSHIBUMI; ISAYAMA KATSUHIKO
Applicant: KANEGAFUCHI CHEMICAL IND
Classification:
- international: **C08L71/02; C08L71/00; (IPC1-7): C08L71/02**
- european: C08L71/02
Application number: JP19870308318 19871205
Priority number(s): JP19870308318 19871205

Also published as:

EP0319896 (A)
US4923927 (A)
EP0319896 (A)
EP0319896 (B)

Report a data error he

Abstract of JP1149851

PURPOSE:To obtain a curable composition, curable with moisture, etc., having improved surface characteristics and suitable as adhesives, tacky agents, coatings, hermetic sealing agents, etc., by blending a specific oxyalkylene based polymer with a specified amount of a liquid diene based polymer.
CONSTITUTION:A curable composition obtained by blending 100 pts.wt. oxyalkylene based polymer, having hydroxyl groups or hydrolyzable groups linked to silicon atom and one or more silicon-containing groups (e.g., methoxysilyl group), crosslinkable by forming siloxane bonds and expressed by formula I [R<2> is 1-20C (substituted) monofunctional organic group, etc. ; X is hydroxyl or hydrolyzable group (e.g., alkoxy group) ; a is 0-2; b is 0-3) (ma+b)>=1; m is 0-19] and consisting of recurring units expressed by the formula -R<1>-O-(R<1> is bifunctional organic group) with 0.1-10 pts.wt. liquid diene based polymer (e.g., liquid polybutadiene).

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平1-149851

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)6月12日

C 08 L 71/02
//C 08 L 71/02
9:00)

LQE

8830-4J

審査請求 未請求 発明の数 1 (全12頁)

⑮ 発明の名称 硬化性組成物

⑯ 特 願 昭62-308318

⑰ 出 願 昭62(1987)12月5日

⑱ 発 明 者 広 瀬 俊 文 兵庫県神戸市須磨区神の谷7-2-3
⑲ 発 明 者 諫 山 克 彦 兵庫県神戸市北区筑紫が丘4-8-7
⑳ 出 願 人 鐘淵化学工業株式会社 大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号
㉑ 代 理 人 弁理士 朝日奈 宗太 外1名

明 細 書

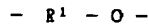
1 発 明 の 名 称

硬化性組成物

2 特 許 請 求 の 範 囲

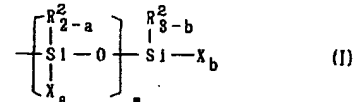
1 ケイ素原子に結合した水酸基または加水分解性基を有し、シロキサン結合を形成することにより架橋しうるケイ素含有基を少なくとも1個有するオキシアルキレン系重合体 100重量部に対して液状ジエン系重合体を 0.1重量部以上、10重量部未満の範囲で含有させてなる硬化性組成物。

2 前記オキシアルキレン系重合体が、本質的に一般式：

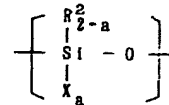


(式中、 R^1 は2価の有機基)で示される繰返し単位からなる主鎖を有するオキシアルキレン系重合体である特許請求の範囲第1項記載の組成物。

3 前記ケイ素含有基が一般式(I)：



(式中、 R^2 は炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の有機基またはトリオルガノシロキシ基であり、 $(n(2-a)+3-b)$ 個の R^2 は同じであってもよく、異なってもよい、 X は水酸基または加水分解性基であり、 $(na+b)$ 個の X は同じであってもよく、異なってもよい、 a は 0、1または 2、 b は 0、1、2または 3、ただし $(na+b) \geq 1$ 、 n 個の



における a は同じである必要はない、 n は 0 または 1~19の整数)で表わされる基である特許請求の範囲第1項記載の組成物。

4 一般式(I)中の X が水素原子、ハロゲン原子、水酸基、アルコキシ基、アシルオキシ基、ケ

トキシメート基、アミノ基、アミド基、酸アミド基、アミノオキシ基、メルカプト基またはアルケニルオキシ基であり、X が 2 個以上存在するとき、それらは同じであってもよく、異なっているもよい特許請求の範囲第 3 項記載の組成物。

5 一般式(I)中の X がアルコキシ基である特許請求の範囲第 3 項記載の組成物。

6 前記ケイ素含有基がメトキシシリル基 ($\geq \text{Si}-\text{OCH}_3$) である特許請求の範囲第 1 項または第 3 項記載の組成物。

7 前記液状ジエン系重合体が液状ポリブタジエンである特許請求の範囲第 1 項記載の組成物。

8 前記液状ポリブタジエンが液状 -1,2-ポリブタジエンである特許請求の範囲第 7 項記載の組成物。

3 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

面に残留タック(べとつき)が残り、塵や埃が付着する原因にもなり、その改善が望まれている。

[問題点を解決するための手段]

本発明者らは、前記有機重合体の残留タックを改善するため(べとつきを減少させるため)鋭意検討を重ねた結果、該有機重合体に液状ジエン系重合体を添加することにより目的が達せられることを見出し、本発明に到達した。

すなわち本発明は、ケイ素原子に結合した水酸基または加水分解性基を有し、シロキサン結合を形成することにより架橋しうるケイ素含有基を少なくとも 1 個有するオキシアルキレン系重合体 100 部(重量部、以下同様)に対して液状ジエン系重合体を 0.1 部以上、10 部未満の範囲で含有させてなる硬化性組成物に関する。

[実施例]

本発明においては、反応性ケイ素基を少なくとも 1 個有するオキシアルキレン系重合体(以下、オキシアルキレン系重合体(A)ともいう)

本発明は湿気などにより硬化し、表面特性の改善された(残留タックの少ない)硬化物を与える組成物に関する。さらに詳しくは、ケイ素原子に結合した水酸基または加水分解性基を有し、シロキサン結合を形成することにより架橋しうるケイ素含有基(以下、反応性ケイ素基ともいう)を有するオキシアルキレン系重合体と液状ジエン系重合体とを含有する硬化性組成物に関する。

[従来の技術・発明が解決しようとする問題点]

分子内に少なくとも 1 個の反応性ケイ素基を有する有機重合体として、後述するように数多くの提案がなされており、たとえば主鎖がポリオキシプロピレンからなり末端にメトキシシリル基が結合した有機重合体のように、既に工業的に生産されているもの(商品名 MS ポリマー、鐘淵化学工業製)もある。

該有機重合体は各種配合剤と配合され、シーリング剤などの用途に使用されているが、その配合組成や使用条件などによっては硬化物の表

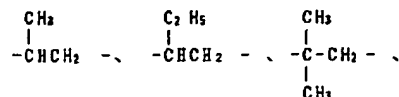
が用いられる。

前記オキシアルキレン系重合体(A)は、すでに特公昭 45-38319 号、同 46-12154 号、同 49-32878 号、特開昭 50-156599 号、同 51-73561 号、同 54-6098 号、同 55-82123 号、同 55-123620 号、同 55-125121 号、同 55-131022 号、同 55-135135 号、同 55-187129 号の各公報などに提案されている重合体である。

オキシアルキレン系重合体(A)の分子鎖は、本質的に一般式:

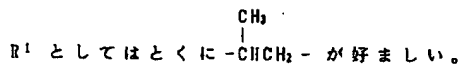


(式中、 R^1 は 2 価の有機基であるが、その大部分が炭素数 3 または 4 の炭化水素基であるとき最も好ましい)で示される繰返し単位からなるものであるのが好ましい。 R^1 の具体例としては、

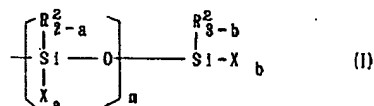


$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}(\text{H})\text{CH}_2-$ などがあげられる。前記オ

キシアルキレン系重合体(A)の分子鎖は1種だけの繰返し単位からなっているてもよいし、2種以上の繰返し単位からなっているてもよいが、

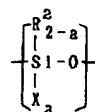


オキシアルキレン系重合体(A)におけるシロキサン結合を形成することによって架橋および(または)重合しうる反応性ケイ素基はよく知られた官能基であり、室温においても架橋するという特徴を有している。この反応性ケイ素基の代表例としては、一般式(I):



(式中、 R^2 は炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の有機基またはトリオルガノシロキシ基で、 $(n(2-a) + 3-b)$ 個の R^2 は異なっているてもよい、 X は水酸基または加水分解性基であり、 $(na+b)$ 個の X は異なっているてもよい、 a は0、1または2、 b は0、1、2または3、た

だし $(na+b) \geq 1$ 、 n 個の



における a は同じである必要はない、 n は0~19の整数)で表わされる基があげられる。一般式(I)で表わされる反応性ケイ素基のうちでは経済性などの点から一般式(II):



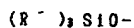
(式中、 R^2 は前記に同じ、 l は1、2または3)で表わされる基が好ましい。

一般式(I)における X の1種である加水分解性基の具体例としては、たとえばハロゲン原子、水素原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、ケトキシメート基、アミノ基、アミド基、酸アミド基、アミノオキシ基、メルカプト基、アルケニルオキシ基などがあげられる。これらのうちでは加水分解性がマイルドであるという点からメトキシ基、エトキシ基などのアルコキシ基が

- 7 -

好ましい。

また一般式(I)における R^2 の具体例としては、たとえばメチル基、エチル基などのアルキル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基、フェニル基などのアリール基、ベンジル基などのアラールキル基や、一般式:



(R^- はメチル基、フェニル基などの炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の有機基で、3個の R^- は同じである必要はない)で示されるトリオルガノシロキシ基などがあげられる。これらのうちではメチル基がとくに好ましい。

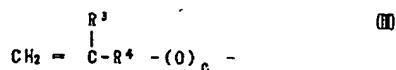
オキシアルキレン系重合体(A)中の反応性ケイ素基の個数は1個以上あればよいが、十分な硬化性をうるという点からすると平均1.1個以上、さらには1.5~4個が好ましい。また反応性ケイ素基はオキシアルキレン系重合体(A)の分子鎖末端に存在するのが好ましい。

オキシアルキレン系重合体(A)は、数平均分子量が500~30,000のものが好ましく、3,000

- 8 -

~15,000のものがさらに好ましい。オキシアルキレン系重合体(A)は単独で使用してもよく、2種以上併用してもよい。

オキシアルキレン系重合体(A)は、たとえば一般式(I)で表わされる基に水素原子が結合したヒドロシリル化合物と、一般式(III):



(式中、 R^3 は水素原子または炭素数1~20の1価の有機基、 R^4 は炭素数1~20の2価の有機基、 c は0または1)で示されるオレフィン基を有するオキシアルキレン系重合体とを、白金化合物などのVIII族遷移金属化合物などを触媒として付加反応させるなどの方法により製造される。

前記以外のオキシアルキレン系重合体(A)を製造する方法としては、

①水酸基末端オキシアルキレン系重合体にトルエンジイソシアネートのようなポリイソシアネート化合物を反応させてイソシアネート基末端

- 9 -

- 10 -

オキシアルキレン系重合体とし、そののち該イソシアネート基に一般式(Ⅳ)：



(式中、V は水酸基、カルボキシル基、メルカプト基およびアミノ基(1級または2級)から選ばれた活性水素含有基、 R^2 、 R^4 および X は前記に同じ)で示されるシリコン化合物の V 基を反応させる方法、

②一般式(Ⅳ)で示されるオレフィン基を有するオキシアルキレン系重合体のオレフィン基に、V がメルカプト基である一般式(Ⅳ)で示されるシリコン化合物のメルカプト基を付加反応させる方法、および

③水酸基末端オキシアルキレン系重合体の水酸基に、一般式(Ⅴ)：



(式中、 R^2 、 R^4 、X および R^2 は前記に同じ)で表わされる化合物を反応させる方法

— 1 1 —

$-R^5-NHC(=O)-$ 、 $-R^5-C(=O)-$ (R^5 は炭素数 1~10 の 2 価の炭化水素基)であるのが好ましく、とくにメチレン基であるのが好ましい。

一般式(Ⅵ)で示されるオレフィン基を有するオキシアルキレン系重合体の具体的製造法としては、特開昭 54-6097号公報に開示されているように、たとえばオキシアルキレン系重合体の末端水酸基と不飽和基を有する化合物とを反応させてエーテル結合、エステル結合、ウレタン結合、カーボネート結合などにより結合させて製造する方法、あるいはエチレンオキシド、プロピレンオキシドなどのエポキシ化合物を重合する際に、アリルグリシジルエーテルなどのオレフィン基含有エポキシ化合物を添加して共重合させることにより側鎖にオレフィン基を導入する方法などが例示されうる。

本発明においては、オキシアルキレン系重合体(A)を硬化させた際に残留しやすいタックを残留しにくくするために液状ジエン系重合体が

— 1 3 —

などが具体的にあげられるが、本発明ではこれらの方法に限定されるものではない。

前記一般式(Ⅰ)で示される基に水素原子が結合したヒドロシリル化合物と一般式(Ⅳ)で示されるオレフィン基を有するオキシアルキレン系重合体とを反応させる方法において、それらを反応させたのち、一部または全部の X 基をさらに他の加水分解性または水酸基に変換させてもよい。たとえば X 基がハロゲン原子、水素原子のほかに、これらの基をアルコキシ基、アシルオキシ基、アミノオキシ基、アルケニルオキシ基、水酸基などに変換して使用するのが好ましい。

一般式(Ⅵ)において、 R^5 は水素原子または炭素数 1~20 の置換もしくは非置換の 1 価の有機基であるが、水素原子または炭化水素基であるのが好ましく、とくに水素原子であるのが好ましい。また、 R^4 は炭素数 1~20 の 2 価の有機

基であるが、 $-R^5-$ 、 $-R^5OR^5-$ 、 $-R^5-C(=O)-$ 、

— 1 2 —

使用される。

前記液状ジエン系重合体の具体例としては、ブタジエン、クロロブレン、イソブレン、1,3-ペンタジエンなどのジエン系化合物を重合または共重合させてえられる重合体や、これらジエン系化合物と共重合性を有するアクリロニトリル、ステレンなどの単量体とをジエン系化合物が主体となるように共重合させてえられるNBR、SBRなどの重合体や、さらにはそれらの各種変性物(マレイン化変性物、ポイル油変性物など)などがあげられる。これらは単独で用いてもよく、2種以上併用してもよい。これらの液状ジエン系重合体のうちでは液状ポリブタジエンが好ましく、液状-1,2-ポリブタジエンがさらに好ましい。

液状ジエン系重合体の使用量はオキシアルキレン系重合体(A) 100部に対して 0.1部以上、10部未満、好ましくは 1~8部である。前記使用量が 1部未満になると液状ジエン系重合体を用いる目的である残留タックの低下が充分おこ

— 1 4 —

らず、10部以上になると硬化物の引張り特性や耐熱性などが損われる。

オキシアルキレン系重合体(A)と液状ジエン系重合体とを用いて調製される本発明の組成物の調製方法には、とくに制限はないが、具体的な方法の1つとして液状ジエン系重合体をオキシアルキレン系重合体(A)に単に添加する方法があげられる。このばあい、液状ジエン系重合体の性状などに応じて加熱攪拌条件などを適宜調整し、均一に分散、溶解させればよい。しかし、完全に均一透明な状態にする必要はなく、不透明な状態であっても分散していれば充分目的は達せられる。また必要に応じて、たとえば界面活性剤などの分散性改良剤などを併用してもよい。

本発明の組成物を調製する他の方法としては、最終用途に使用する際に液状ジエン系重合体を所定量添加混合する方法であり、たとえば2成分型のシーリング剤などとして使用するようなばあい、オキシアルキレン系重合体(A)と液状

ジエン系重合体および要すれば使用される硬化触媒などとを混合して使用する方法があげられる。

前記硬化触媒の具体例としては、たとえばテトラブチルチタネート、テトラプロピルチタネートなどのチタン類エステル類；ジブチル錫ジラウレート、ジブチル錫マレエート、ジブチル錫ジアセテート、オクチル酸錫、ナフテン酸錫などの有機錫化合物；オクチル酸鉛；ブチルアミン、オグチルアミン、ジブチルアミン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、オレイルアミン、オクチルアミン、シクロヘキシルアミン、ベンジルアミン、ジエチルアミノプロピルアミン、キシリレンジアミン、トリエチレンジアミン、グアニジン、ジフェニルグアニジン、2,4,6-トリス(ジメチルアミノ)メチルフェノール、モルホリン、N-メチルモルホリン、1,8-ジアザビシクロ(5,4,0)ウンデセン-7(DBU)などのアミン系

— 15 —

化合物あるいはそれらのカルボン酸などの塩；過剰のポリアミンと多塩基酸よりえられる低分子量ポリアミド樹脂；過剰のポリアミンとエポキシ化合物との反応生成物；アミノ基を有するシランカップリング剤、たとえばγ-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(β-アミノエチル)アミノプロピルメチルジメトキシシランなどの公知のシラノール縮合触媒があげられる。これらは単独で使用してもよく、2種以上併用してもよい。

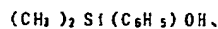
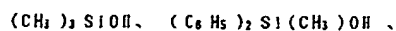
本発明の組成物には、さらに必要に応じて引張特性などを改善する物性調整剤、補強性または非補強性の充填剤、補強材、可塑剤、接着促進剤、垂れ防止剤、着色剤、老化防止剤、難燃剤などの各種添加剤を配合してもよい。

前記引張特性などを改良する物性調整剤の例としては各種シランカップリング剤、たとえば1分子中にシラノール基を1個含有するシリコン化合物、加水分解して1分子中にシラノール基を1個含有する化合物を生成するシリコン化

— 16 —

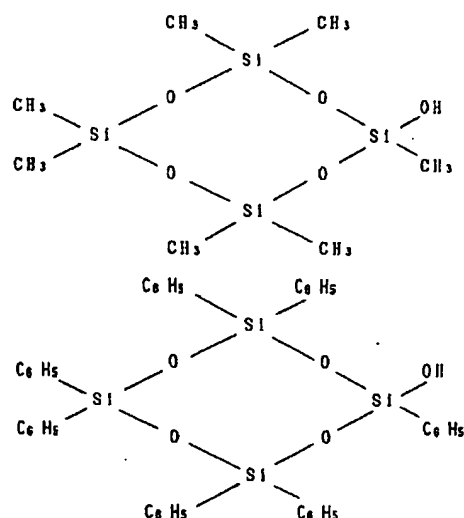
合物などのように硬化物の硬度を下げて伸びを出すものや、1分子中にシラノール基を3個以上含有するシリコン化合物、加水分解して1分子中にシラノール基を3個以上含有する化合物を生成するシリコン化合物などのように硬化物の硬度をあげる化合物、さらにはジメチルジメトキシシランやγ-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、N-(β-アミノエチル)アミノプロピルメチルジメトキシシラン、γ-メルカプトプロピルメチルジメトキシシランなどの官能基を有するジアルコキシシラン類、ジメチルジイソプロペノキシシランやγ-グリシドキシプロピルメチルジイソプロペノキシシランなどの官能基を有するジイソプロペノキシシラン類、シリコンワニス類、ポリシロキサン類などがあげられる。

前記硬化物の硬度を下げて伸びを出すものの具体例としては、たとえば

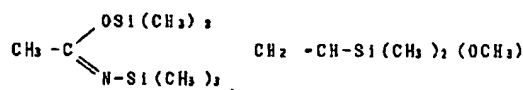


— 17 —

— 18 —



$(\text{CH}_3)_3\text{SiOCH}_3$ 、 $(\text{CH}_3)_3\text{SiOCH}_2\text{CH}_3$ 、
 $(\text{CH}_3)_3\text{SiOC}_6\text{H}_5$ 、 $(\text{CH}_3)_3\text{SiNSi}(\text{CH}_3)_2$ 、
 H



- 19 -

ど、通常使用されるものがあげられる。とくにヒュームドシリカなど透明性を与える充填剤や補強材を用いると透明性に優れたシーリング剤をつくることも可能である。前記充填剤や補強材は単独で使用してもよく、2種以上使用してもよい。

物性の調節、性状の調節などのために使用される前記可塑剤の具体例としては、たとえばジブチルフタレート、ジヘブチルフタレート、ジ(2-エチルヘキシル)フタレート、ブチルベンジルフタレート、ブチルフタリルブチルグリコレートなどのフタル酸エステル類；ジオクチルアジベート、ジオクチルセバケートなどの非芳香族2塩基酸エステル類；ジエチレングリコールジベンゾエート、トリエチレングリコールジベンゾエートなどのポリアルキレングリコールのエステル類；トリクレンジルホスフェート、トリブチルホスフェートなどのリン酸エステル類；塩化パラフィン類；アルキルジフェニル、部分水添ターフェニルなどの炭化水素系油など

- 21 -

などのような特開昭81-34088号公報などに記載されている化合物があげられる。

また前記硬化物の硬度をあげるものの具体例としては、たとえばメチルトリメトキシシラン、n-プロピルトリメトキシシラン、メチルトリイソプロペノキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-メルカプトプロピルトリメトキシシランなどがあげられるが、これらに限定されるものではない。

前記充填剤や補強材の具体例としては、重質および軽質炭酸カルシウム；脂肪酸、樹脂酸、陽イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤などで表面処理を行なった炭酸カルシウム；炭酸マグネシウム；タルク；酸化チタン；硫酸バリウム；アルミナ；アルミニウム、亜鉛、鉄などの金属粉；ペントナイト；カオリンクレー；ヒュームドシリカ；石英粉；ホワイトカーボン、カーボンブラック；タルク、石棉、ガラス繊維な

- 20 -

があげられる。これらは単独または2種以上混合して使用することができるが、必ずしも必要とするものではない。なお、それら可塑剤は重合体製造時に配合してもよい。

前記接着促進剤はオキシアルキレン系重合体(A)自体がガラス、ガラス以外のセラミック類、金属などに対し良好な接着性を有し、また各種プライマーを用いれば広範囲の材料に接着させることが可能であるので必ずしも必要ではないが、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、物性調整剤としてすでに記載した各種シランカップリング剤、アルキルチタネート類、芳香族ポリイソシアネートなどを1種または2種以上用いることにより、さらに多種類の被着体に対する接着性を改善することができる。

前記垂れ防止剤としては、たとえば水添ヒマシ油誘導体；ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸バリウムなどの金属石ケン類などがあげられるが、使用目的、配合する充填剤や補強材によっては不要で

- 22 -

ある。

前記着色剤としては、必要に応じ通常の無機顔料、有機顔料、染料などが使用されうる。

前記老化防止剤としては、通常の酸化防止剤、紫外線吸収剤などがあげられる。

本発明の組成物には作業性の改善、粘度の低下などのために溶剤を配合してもよく、たとえばトルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素系溶剤、酢酸エチル、酢酸メチル、酢酸アミル、酢酸セロソルブなどのエステル系溶剤、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトンなどのケトン系溶剤が具体例としてあげられる。これらの溶剤は重合体製造時に用いてもよい。

たとえば本発明の組成物をシーリング剤に用いるばあい、すべての配合成分を予め配合して密封保存し、施工後空気中の湿気により硬化させる1成分型として調製してもよく、また硬化剤として別途硬化触媒、充填剤、可塑剤、水などの成分を予め配合しておき、該配合剤(材)

— 23 —

かかる脱水・乾燥法に加えてメタノール、エタノールなどの低級アルコール； α -プロピトリメトキシシラン、ビニルメチルジメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルメチルジエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピトリメトキシシランなどのアルコキシシラン化合物を添加することにより、さらに貯蔵安定性は向上する。

このようにしてえられる本発明の硬化性組成物は接着剤や粘着剤、塗料、密封剤やシーリング剤、防水剤、吹付剤、型取り用材料および注型ゴム材料などとして有用に使用することができる。なかでも、密封剤への応用はとくに有用である。

以下、実施例をあげて本発明の組成物を具体的に説明する。

実施例1～12および比較例1

1分子当り平均2個のジメトキシシリル基($-\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$)を含有する平均分子量9600

と重合体組成物とを使用前に混合する2成分型として調製してもよい。

前記シーリング剤が1成分型のばあい、すべての配合成分が予め配合されるため、水分を含有する配合成分は予め脱水・乾燥してから使用するか、また配合・混練中に減圧などして脱水するのが好ましい。

前記シーリング剤が2成分型のばあい、オキシアルキレン系重合体(A)を含有する主剤に硬化触媒を配合する必要がないので主剤中には若干の水分を含有していてもゲル化の心配は少ないが、長期間の貯蔵安定性を必要とするばあいには脱水・乾燥させるのが好ましい。

前記脱水・乾燥法としては、粉状などの固状物のばあいには加熱乾燥法、液状物のばあいには減圧脱水法や合成ゼオライト、活性アルミナ、シリカゲルなどを使用した脱水法が好適である。また、イソシアネート化合物を少量配合してイソシアネート基と水とを反応させて脱水してもよい。

— 24 —

のプロピレンオキシド系重合体100gに対し、液状ポリブタジエンを第1表に示した量添加したのち、膠質炭酸カルシウム(白石工業精製、商品名CCR)150g、ジオクチルフタレート85g、ヒンダードフェノール系老化防止剤(大内新興化学精製、商品名ノクラックNS-8)1g、オクチル酸錫(II)3g、ラウリルアミン1gを添加し、充分混練してから小型3本ペイントロールを3回通し、厚さ約3mmのシートを作製した。そののち、23℃、50%RHで養生したのち屋外に曝露し(南面45度傾斜)、埃の付着状態を観察した。また、養生期間1日および7日の2種類のサンプルについて残留タックを指触により判定した。結果を液状ポリブタジエンを添加しない比較例1のばあいとともに第1表に示す。

なお、第1表中のNISSO PB B-1000は数平均分子量1050の液状-1,2-ポリブタジエン、NISSO PB B-3000は数平均分子量3000の液状-1,2-ポリブタジエン、NISSO PB C-1000は数平均分子量1350の両末端水酸基液状-1,2-ポリ

— 25 —

— 26 —

ブタジエン、NISSO PB TE -2000 は末端アクリル変性液状 -1,2-ポリブタジエン（以上、日本曹達製）、Polyoil LCB 110 は数平均分子量 1600 の液状 -1,4-ポリブタジエン、Polyoil LCB 130 は数平均分子量 3000 の液状 -1,4-ポリブタジエン（以上、ヒュルス社製）である。

また、第 1 表中の埃付着性評価における○は埃がほとんど付着しない、△は埃が少し付着する、×は埃が付着する、残留タック評価における◎は指触しても全くタックがない、○はややタックがある、△はタックがある、×はタックがひどいを表わす。

〔以下余白〕

第 1 表

実施例番号		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	比較例 1
液状ポリブタジエン(8)	NISSO PB B-1000	3	5	8	-	-	-	-	-	5	-	-	-	-
	" B-3000	-	-	-	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	" G-1000	-	-	-	-	5	-	-	-	-	-	-	-	-
	" TE-2000	-	-	-	-	-	5	-	-	-	5	-	-	-
	polyoil LCB-110	-	-	-	-	-	-	5	-	-	-	5	-	-
	" LCB-130	-	-	-	-	-	-	-	5	-	-	-	5	-
増感剤(8)	イルガキュアー 851	-	-	-	-	-	-	-	-	0.5	0.5	0.5	0.5	-
埃付着性	屋外曝露1カ月後	△	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△
	" 2カ月後	△	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×
残留タック	1日養生のもの	△	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×
	7日養生のもの	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○

第 1 表の結果より、液状ポリブタジエンを添加すると埃の付着および残留タックが改善されることがわかる。

実施例 13～24 および比較例 2

1 分子当り平均 2.7 個のジメトキシシリル基 ($-\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$) を含有する平均分子量

10000 のプロピレンオキシド系重合体 100g に $\text{C}_6\text{H}_5\text{OSi}(\text{CH}_3)_2$ を 8g 添加し、80℃で 2 時間攪拌したもの 100g に対し、液状ポリブタジエンおよび増感剤を第 2 表に示した量添加したものを使用した他は実施例 1～12 と同様の条件で評価を行なった。結果を第 2 表に示す。

〔以下余白〕

第 2 表

実施例番号		13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	比較例 2
液状ポリブタジエン(8)	NISSO PB B-1000	3	5	8	-	-	-	-	-	5	-	-	-	-
	" B-8000	-	-	-	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	" C-1000	-	-	-	-	5	-	-	-	-	-	-	-	-
	" TE-2000	-	-	-	-	-	5	-	-	-	5	-	-	-
	polyoil LCB-110	-	-	-	-	-	-	5	-	-	-	5	-	-
	" LCB-130	-	-	-	-	-	-	-	5	-	-	-	5	-
増感剤(8)	イルガキュア 651	-	-	-	-	-	-	-	-	0.5	0.5	0.5	0.5	-
埃付着性	屋外曝露1カ月後	△	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△
	屋外曝露2カ月後	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△
残留タック	1日養生のもの	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	7日養生のもの	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○~◎

第 2 表の結果から、 $C_6H_5OSi(CH_3)_3$ により変性処理を行なった重合体に対しても、実施例 1 ~ 12 と同様の改善効果がえられることがわかる。

【発明の効果】

本発明の組成物を用いると残留タックが小さく、埃が付着しにくい硬化物がえられる。

特許出願人 鐘淵化学工業株式会社
代理人弁理士 朝日奈奈太 ほか 1 名

